

Larutan brodifakum teknis sampai dengan 2,5

Daftar isi

	Halaman
1 Ruang lingkup	1
2 Definisi.....	1
3 Syarat mutu	1
4 Cara pengambilan contoh.....	1
5 Cara uji	2
6 Cara pengemasan.....	4
7 Syarat penandaan.....	5

Larutan brodifakum teknis sampai dengan 2,5%

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan larutan brodifakum teknis sampai dengan 2,5%.

2 Definisi

2.1 Brodifakum adalah senyawa dengan rumus kimia [3 - || 3 -(4 bromohifenil 4 il) - 1, 2, 3, 4 tetrahidro - 1 naftil || - hidroksio kumarin] dan rumus empiris $C_{31}H_{23}O_3Br$.

2.2 Larutan brodifakum teknis adalah brodifakum dalam pelarut glikol atau pelarut lain yang sesuai, diberi zat warna atau zat lain untuk keamanan, dipergunakan sebagai bahan aktif rodentisida yang bekerja sebagai anti koagulan.

3 Syarat mutu

Syarat mutu larutan brodifakum teknis ditetapkan seperti tabel di bawah ini.

Tabel 1
Syarat mutu

No	Uraian	Persyaratan
1	Kadar brodifakum s.d. 2,5% b/b	Toleransi $\pm 5\%$ dari nilai yang tercantum pada label
2	Bahan tak larut dalam aseton, % b/b	Maksimal 1

4 Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0429-1989, *Petunjuk cara pengambilan contoh cairan dan semi padat*, dengan memperhatikan persyaratan keamanannya.

5 Cara uji

5.1 Kadar brodifakum

5.1.1 Prinsip

Membandingkan area puncak kromatogram brodifakum contoh terhadap brodifakum baku menggunakan internal standar.

5.1.2 Pereaksi

- Brodifakum baku yang diketahui kadar bahan aktifnya
- 1, 3, 5 tripenil benzena
- Metanol HPLC grade
- Asam asetat p.a
- Diklorometan
- Asam format p.a
- NaOH 0,5 N.

5.1.3 Peralatan

- Neraca analitik
- HPLC
- Labu ukur
- Botol timbang
- Rotary evaporator

5.1.4 Kondisi HPLC

- Isi kolom : Okta desil silikon
- Panjang gelombang : 254 nm
- Fasa gerak : Campuran metanol dan asam asetat.

5.1.5 Cara kerja

- Persiapan fasa gerak
 - Saring pelarut melalui milipore filter sebelum digunakan.
 - Campurkan metanol dan asam asetat 0,8% dengan perbandingan 88 : 12
 - Hilangkan gelembung-gelembung udara.
- Persiapan larutan pengencer
Campurkan diklorometan dan metanol dengan perbandingan 40 : 60.
- Persiapan larutan pengekstrak
 - Tuangkan 1 liter diklorometan dan 55 ml asam format 90% dalam corong pemisah.
 - Kocok, diamkan hingga terpisah menjadi 2 lapisan.
 - Keluarkan lapisan yang keruh dan tambahkan 80 ml diklorometan lagi.
 - Campurkan larutan sebaik-baiknya sebelum digunakan.
- Persiapan larutan internal standar
 - Timbang teliti 0,2 g 1, 3, 5 tripenil benzena.
 - Masukkan ke dalam labu ukur 500 ml.

- 3) Tambahkan 200 ml diklorometan, untuk melarutkan 1, 3, 5 tripenil benzena.
- 4) Tepatkan dengan metanol hingga tanda tera.
- e. Persiapan larutan kalibrasi
 - 1) persiapan larutan kalibrasi A
 - a) Timbang teliti 0,1 g brodifakum baku.
 - b) Masukkan ke dalam labu ukur 100 ml.
 - c) Tambahkan 90 ml larutan pengencer, untuk melarutkan brodifakum.
 - d) Tepatkan dengan larutan pengencer hingga tanda tera.

Larutan brodifakum tidak boleh disimpan lebih dari 1 hari.
 - 2) Persiapan larutan kalibrasi B
 - a) Ambil 10 ml larutan A dari buret, masukkan dalam labu ukur 50 ml.
 - b) Tambahkan 40 ml larutan internal standar, kocok.
 - c) Tepatkan dengan larutan pengencer hingga tanda tera.
 - d) Kocok baik-baik.
 - e) Encerkan 10 ml larutan menjadi 50 ml dengan standar pengencer.
- f. Persiapan contoh
 - 1) Timbang teliti sejumlah brodifakum contoh yang disesuaikan kadar bahan aktifnya dengan kadar brodifakum baku (kira-kira mengandung 0,01 g brodifakum).
 - 2) Tuangkan dalam corong pemisah 250 ml, bilas dengan air.
 - 3) Tambahkan 50 ml NaOH 0,5 N, kocok.
 - 4) Tambahkan 10 ml metanol, kocok lagi.
 - 5) Ekstrak 4 kali masing-masing dengan 20 ml diklorometan.
 - 6) Tampung (kumpulkan) lapisan diklorometan dalam labu berdasarkan bulat 200 ml.
 - 7) Uapkan pada 50°C dengan menggunakan rotary evaporator.
 - 8) Dinginkan sampai suhu kamar.
 - 9) Tambahkan 10 ml internal standar dari buret.
 - 10) Tambahkan 40 ml larutan pengencer.
 - 11) Kocok baik-baik.
 - 12) Encerkan 10 ml larutan tersebut menjadi 50 ml dengan larutan pengencer.
- g. Analisis contoh

Injeksikan larutan kalibrasi B dan larutan contoh pada HPLC.

5.1.6 Perhitungan

$$\text{Kadar brodifakum, \% b/b} = \frac{D \times E \times C}{A \times B \times W} \times F$$

di mana :

- D = area puncak brodifakum contoh
- A = area puncak brodifakum baku
- B = area puncak internal standar pada contoh
- E = area puncak internal standar pada baku
- C = berat brodifakum baku, g

W = berat brodifakum contoh, g
 F = kemurnian brodifakum baku, % b/b.

5.2 Bahan tak larut dalam aseton

5.2.1 Prinsip

Bahan tak larut dalam aseton ditetapkan secara penyaringan dengan cawan Gooch.

5.2.2 Pereaksi

Aseton

5.2.3 Peralatan

- Neraca analitik
- Erlenmeyer 250 ml
- Pendingin tegak
- Cawan Gooch 3
- Lemari pengering
- Penangas air.

5.2.4 Cara kerja

- Timbang teliti 10 g contoh (w,g), masukkan ke dalam erlenmeyer.
- Tambahkan 150 ml aseton, pasang pendingin tegak dan hangatkan sampai contoh larut.
- Saring dengan cawan Gooch 3 yang telah diketahui berat tetapnya (A,g).
- Sisa saringan dicuci dengan aseton 3 kali, masing-masing 20 ml.
- Keringkan pada 110°C selama 30 menit, dinginkan dan timbang sampai berat tetap (B,g).

5.2.5 Perhitungan

$$\text{Bahan tak larut dalam aseton, \% b/b} = \frac{(B - A)}{W} \times 100$$

dimana :

- B = berat cawan Gooch + sisa saringan, g.
 A = berat cawan Gooch kosong, g.
 W = berat contoh, g.

6 Cara pengemasan

Larutan brodifakum teknis dikemas dalam wadah yang tidak bereaksi dengan isi, kedap udara, serta aman dalam penyimpanan dan transportasi.



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id